

## Air dan air limbah – Bagian 29 : Cara uji fluorida ( $F^-$ ) secara spektrofotometri dengan SPADNS





## Daftar isi

|  |    |
|--|----|
| Daftar isi .....                           | i  |
| Prakata .....                              | ii |
| 1 Ruang lingkup .....                      | 1  |
| 2 Istilah dan definisi .....               | 1  |
| 3 Cara uji .....                           | 1  |
| 4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu ..... | 4  |
| 5 Rekomendasi .....                        | 4  |
| Lampiran A Pelaporan .....                 | 5  |
| Bibliografi .....                          | 6  |





## Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 19-1503-1989, *Cara uji kadar fluorida dalam air dan air buangan*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998). Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkan SNI 06-6989.29-2005 ini, maka penerapan SNI 19-1503-1989 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.





## Air dan air limbah – Bagian 29 : Cara uji fluorida ( $F^-$ ) secara spektrofotometri dengan SPADNS

### 1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk menentukan kadar fluorida ( $F^-$ ) dalam contoh air dan air limbah sampai dengan 1,40 mg/L pada panjang gelombang 570 nm. Apabila contoh uji mengandung kadar fluorida lebih tinggi dari 1,40 mg/L, contoh uji tersebut harus diencerkan.

### 2 Istilah dan definisi

#### 2.1

##### **serapan**

banyaknya penyerapan cahaya oleh bahan atau benda yang dilewati cahaya

#### 2.2

##### **contoh uji**

air atau air limbah untuk keperluan pemeriksaan kualitas air

#### 2.3

##### **larutan induk**

larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

#### 2.4

##### **larutan baku**

larutan yang dibuat dengan mengencerkan larutan induk dan mengandung bahan kimia dengan kadar yang sudah diketahui secara pasti

#### 3.5

##### **larutan kerja**

larutan baku yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

#### 3.6

##### **kurva kalibrasi**

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan absorbansi

#### 3.7

##### **SPADNS**

pereaksi natrium 2-(para sulfopenilazo) 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonate = asam 4,5-dihidroksi-3-(parasulfopenilazo)-2,7-naftalen disulfonat

### 3 Cara uji

#### 3.1 Prinsip

Fluorida bereaksi dengan larutan campuran SPADNS-asam zirkonil menyebabkan berkurangnya warna larutan. Pengurangan warna ini sebanding dengan banyaknya unsur fluorida dalam contoh uji yang kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm.



### 3.2 Bahan

- a) air suling yang digunakan mempunyai daya hantar listrik kurang dari  $2 \mu\text{mhos/cm}$ ;
- b) natrium fluorida bebas air (NaF);
- c) SPADNS, natrium 2-(para sulfofenilazo) 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat = asam 4,5-dihidroksi-3-(parasulfofenilazo)-2,7-naftalen disulfonat;
- d) asam zirkonil atau zirkonil klorida oktahidrat ( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ );
- e) asam klorida (HCl) pekat; dan
- f) natrium arsenit ( $\text{NaAsO}_2$ ).

### 3.3 Peralatan

- a) spektrofotometer;
- b) neraca analitik;
- c) pipet volumetrik 2 mL; 5 mL; 10 mL dan 15 mL;
- d) pipet ukur; dan
- e) labu ukur 100 mL; 500 mL dan 1000 mL.

### 3.4 Persiapan pengujian

#### 3.4.1 Larutan induk fluorida 100 mg F<sup>-</sup>/L

- a) larutkan 221,0 mg natrium fluorida anhidrat (NaF) dengan air suling dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan ( $1,0 \text{ mL} = 100 \mu\text{g F}^-$ ); atau
- b) pipet 100 mL larutan induk fluorida 1000 mg F<sup>-</sup>/L yang tertelusur ke *Standard Reference Material*, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

#### 3.4.2 Larutan baku fluorida 10 mg F<sup>-</sup>/L

- a) pipet 50 mL larutan induk 100 mg F<sup>-</sup>/L dan masukkan ke dalam labu ukur 500 mL;
- b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan ( $1,0 \text{ mL larutan} = 0,01 \text{ mg F}^-$ ).

#### 3.4.3 Larutan kerja fluorida

- a) pipet 0 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL dan 15 mL larutan baku fluorida yang mengandung 10 mg F<sup>-</sup>/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL
- b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh kadar fluorida 0,0 mg F<sup>-</sup>/L; 0,2 mg F<sup>-</sup>/L; 0,5 mg F<sup>-</sup>/L; 1,0 mg F<sup>-</sup>/L dan 1,5 mg F<sup>-</sup>/L.

#### 3.4.4 Larutan SPADNS

Larutkan 958 mg SPADNS, natrium 2-(para sulfofenilazo) 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat atau disebut juga *4,5-dihydroxy-3-(parasulfophenylazo)-2,7-naphtalenedisulfonic acid trisodium salt*, dalam air suling dan encerkan larutan diatas dengan air suling menjadi 500 mL. Larutan ini stabil selama 1 tahun apabila terhindar dari sinar matahari langsung.

#### 3.4.5 Larutan asam zirkonil

- a) larutkan 133 mg zirkonil klorida oktahidrat,  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  dalam sekitar 25 mL air suling;
- b) tambahkan 350 mL HCl pekat dan diencerkan menjadi 500 mL dengan air suling.



### 3.4.6 Larutan campuran asam zirkonil-SPADNS

Campurkan larutan asam zirkonil dan larutan SPADNS dengan volume yang sama.

CATATAN Larutan ini stabil selama 2 tahun.

### 3.4.7 Larutan natrium arsenit 0,5%

Larutkan 0,5 g  $\text{NaAsO}_2$  dengan air suling pada labu ukur 100 mL, tepatkan hingga tanda tera kemudian dihomogenkan.

### 3.4.8 Larutan blanko (*reference solution*)

Pipet 10 mL larutan SPADNS ke dalam labu ukur 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan air suling. Encerkan 7 mL HCl pekat dengan air suling hingga 10 mL dan campurkan dengan larutan SPADNS tersebut di atas.

CATATAN 1 Campuran ini digunakan untuk mengatur nilai serapan spektrofotometer menjadi nol.

CATATAN 2 Larutan ini stabil selama 1 tahun.

CATATAN 3 Alternatif lain dapat menggunakan larutan kerja 0 mg F<sup>-</sup>/L sebagai larutan blanko.

## 3.4 Persiapan contoh uji

- Contoh uji yang keruh harus disaring menggunakan saringan membran berpori 0.45  $\mu\text{m}$ .
- Contoh uji tidak boleh mengandung ion klorida lebih besar atau sama dengan 7000 mg  $\text{Cl}^-/\text{L}$ , karena dapat mengganggu analisis dan memberikan kesalahan positif.
- Contoh uji tidak boleh mengandung besi lebih besar atau sama dengan 10 mg  $\text{Fe}/\text{L}$ , karena dapat mengganggu analisis dan memberikan kesalahan negatif.
- Contoh uji tidak boleh mengandung ion sulfat lebih besar atau sama dengan 200 mg  $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$ , karena dapat mengganggu analisis dan memberikan kesalahan negatif.
- Contoh uji tidak boleh mengandung ion fosfat lebih besar atau sama dengan 16 mg  $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ , karena dapat mengganggu analisis dan memberikan kesalahan positif.
- Apabila contoh uji mengandung ion-ion pengganggu pada 3.5 butir c) sampai g), hilangkan gangguan tersebut dengan cara destilasi.
- Apabila contoh uji mengandung sisa klorin, hilangkan klorin dengan penambahan 0,05 mL larutan  $\text{NaAsO}_2$ , untuk setiap 0,1 mg sisa klorin.

## 3.5 Pembuatan kurva kalibrasi

- optimalkan spektrofotometer untuk pengujian kadar fluorida sesuai dengan pengoperasian alat;
- ke dalam masing-masing larutan kerja pada langkah 3.4.3, tambahkan 10,0 mL larutan campuran SPADNS dan asam zirkonil, aduk hingga homogen;
- atur spektrofotometer hingga nilai serapan nol dengan larutan blanko;
- ukur serapan masing-masing larutan baku dan catat;
- buat kurva kalibrasi yang menunjukkan hubungan antara kadar fluorida dengan pembacaan serapannya dan tentukan persamaan garis lurusnya (regresi liniernya).

## 3.6 Prosedur pengujian contoh uji

- pipet 50,0 mL contoh uji atau yang telah diencerkan menjadi 50,0 mL dengan air suling;
- tambahkan 10,0 mL larutan campuran SPADNS-asam zirkonil, kocok hingga homogen;
- ukur serapannya dan catat;
- apabila serapan contoh uji berada di luar serapan kurva kalibrasi standar, ulangi pengujian dengan menggunakan contoh uji yang telah diencerkan.



### 3.7 Perhitungan

$$\text{Kadar flourida (mg/L)} = C \times fp$$

dengan pengertian:

C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L);

fp adalah faktor pengenceran.

## 4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

### 4.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

### 4.2 Pengendalian mutu

- Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
- Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 5% maka dilakukan pengukuran ketiga.

## 5 Rekomendasi

### Kontrol akurasi

Lakukan salah satu atau lebih dari cara berikut:

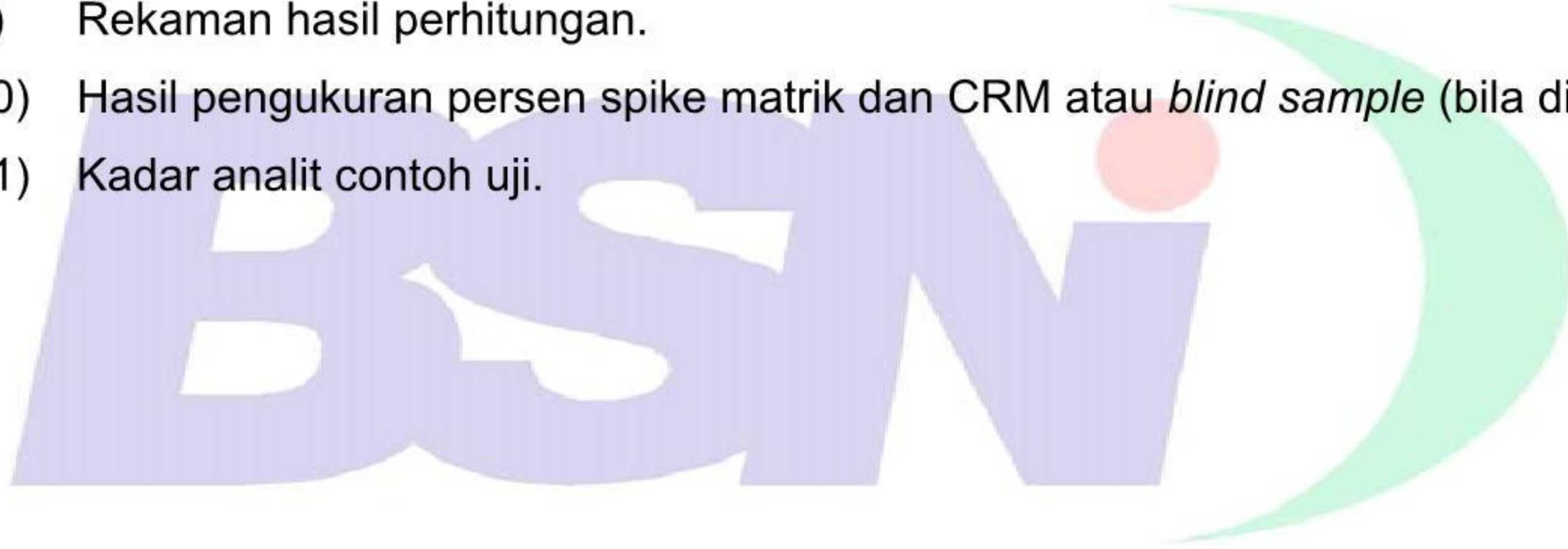
- Analisis CRM  
Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
- Analisis *blind sample*;
- Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike matrik. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%
- Buat *control chart* untuk akurasi analisis.



**Lampiran A**  
(normatif)  
**Pelaporan**

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Batas deteksi.
- 9) Rekaman hasil perhitungan.
- 10) Hasil pengukuran persen spike matrik dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 11) Kadar analit contoh uji.





## Bibliografi

L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 4500-F-D SPADNS Method, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC.











**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.or.id](mailto:bsn@bsn.or.id)